

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

WEST~~End of Result Set~~

Generate Collection

Print

L3: Entry 7 of 7

File: DWPI

Apr 24, 1979

DERWENT-ACC-NO: 1979-42880B
DERWENT-WEEK: 197923
COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Micronising grain size of austenitic stainless steel - by solid solution treatment, quenching, pptn. of nitride and carbonitride, plastically working and prodn. of delta ferrite

PRIORITY-DATA: 1977JP-0117904 (October 3, 1977)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 54051922 A	April 24, 1979		000	
JP 83014847 B	March 22, 1983		000	

INT-CL (IPC): C21D 6/00; C21D 8/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 54051922A

BASIC-ABSTRACT:

Micronising the grain size of a nitrogen and Nb amt. low carbon 18-chromium 8-nickel type austenitic stainless steel, is described. Between solid soln. treatment at 1250-1300 degrees C. and production of >5% delta-ferrite by more than 5% and recrystallising treatment, the steel from the solid soln. treatment temperature is quenched to a temp. not pptg. the nitride or low carbon carbonitride. The nitride and carbonitride are pptd. at 900-950 degrees C. and the steel is plastically worked as pptd. by >50% at either the solid soln. temp., there below or thereabove.

The nitride and low carbon carbonitride of Nb are solid-dissolved sufficiently in advance for pptg. finely in the austenitic stainless steel to micronise its grain size.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 54051922A

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

⑫公開特許公報 (A)

昭54—51922

⑤Int. Cl.²
C 21 D 6/00識別記号 ⑥日本分類
10 J 183庁内整理番号
7217—4K④公開 昭和54年(1979)4月24日
発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭オーステナイトステンレス鋼の結晶粒微細化
方法

①特 願 昭52—117904

②出 願 昭52(1977)10月3日

特許法第30条第1項適用 昭和52年10月2日
～4日日本金属学会昭和52年度秋期(第81
回)大会において発表

⑦発明者 中村素

横浜市磯子区新中原町1番地
石川島播磨重工業株式会社技術
研究所内

同

深川宗光

東京都江東区豊洲3丁目1番15

号 石川島播磨重工業株式会社
技術研究所内

⑧発明者 高橋功夫

東京都江東区豊洲3丁目1番15

号 石川島播磨重工業株式会社
技術研究所内

同

森隆司

東京都江東区豊洲3丁目1番15

号 石川島播磨重工業株式会社
技術研究所内

①出 願 人 石川島播磨重工業株式会社

東京都千代田区大手町2丁目2
番1号

④代 理 人 弁理士 鴨志田次男

明 細 書

○ 1. 発明の名称

オーステナイトステンレス鋼の結晶粒微細化方
法

2. 特許請求の範囲

1. 1250～1300℃で固溶化並びに5%以上の
デルタフェライトの生成を行なわせる溶体化処理
工程と再結晶処理工程との間に、溶体化処理温度
から炭化物および低炭素含有炭化物が析出しな
い温度まで急冷する工程、900～950℃において
炭化物および低炭素含有炭化物を析出させる析
出処理工程及び炭化物および低炭素含有炭化物
が析出した状態で塑性加工する工程とを組合せた
炭素、ニオブウム含有の低炭素18クロム-8ニ
ッケル型オーステナイトステンレス鋼の結晶粒微
細化方法、

2. 特許請求の範囲第1項記載の炭素、ニオブウ
ム含有の低炭素18クロム-8ニッケル型オース
テナイトステンレス鋼の結晶粒微細化方法にか

て、溶体化処理工程、急冷工程、析出処理工程、
該析出処理温度より下の温度で塑性加工する工程、

再結晶処理工程を順次施す結晶粒微細化方法、

3. 特許請求の範囲第1項記載の炭素、ニオブウ
ム含有の低炭素18クロム-8ニッケル型オース
テナイトステンレス鋼の結晶粒微細化方法にか
いて、溶体化処理工程、急冷工程、析出処理工程、
該析出処理温度またはそれより高い温度で塑性加
工する工程、再結晶処理工程を順次施す結晶粒微
細化方法、

4. 特許請求の範囲第2項または第3項記載の炭
素、ニオブウム含有の低炭素18クロム-8ニッ
ケル型オーステナイトステンレス鋼の結晶粒微細
化方法にかいて、塑性加工が加工度50%以上の
塑性加工である結晶粒微細化方法

3. 発明の詳細な説明

この発明は炭素、ニオブウム含有の低炭素18
クロム-8ニッケル型オーステナイトステンレス
鋼の結晶粒微細化方法に係る。

18Cr-8Ni 型オーステナイトステンレス鋼は耐食性にすぐれた材料として古くから知られ、化学機器等に広く使用されているが、近年沸騰水型原子炉配管に使用されたオーステナイトステンレス鋼(JIS SUS 304)に応力腐食割れが発生し、その対策が急務となつてゐる。本発明者は代管材としてNおよびNbを含有する低Cの18Cr-8Ni型オーステナイトステンレス鋼を開発したが、結晶粒を微細化して耐応力腐食割れ性を向上させるためには従来の18Cr-8Ni型オーステナイトステンレス鋼に対する熱処理方法、特に溶体化処理方法では不充分であることが判明した。

すなわち従来のJIS SUS 300 シリーズの18Cr-8Ni 型オーステナイトステンレス鋼に対する加工熱処理方法としては1100~1200℃で熱間加工後、空冷し、次に約1000~1150℃に加熱して固溶化処理を施して使用するのが通例であつて、Cr炭化物を分解固溶せしめて耐食性を上げることが目的であるため固溶化処理の温度を

1000~1150℃としている。

またいわゆる安定化オーステナイトステンレス鋼(JIS SUS 321 および 347)も同様に920~980℃から1150℃で固溶化処理を施すが、前者のステンレス鋼ではTi炭化物、後者ではNb炭化物が或る程度分解固溶するけれども、窒化物ないし炭窒化物は分解が困難である。従つてこれらの安定化オーステナイトステンレス鋼の完全析出処理の効果は少なく、いまだ規格化されるまでに至つてゐない。

このように従来の18Cr-8Ni 型オーステナイトステンレス鋼に対する熱処理方法は炭化物だけに着目した熱処理であつて下記のような問題点がある。すなわち、

(i) 最高加熱温度が低いため、窒化物あるいは炭窒化物が存在するときは殆んど分解せず、粗大化している。また最高加熱温度においてデルタフェライトの生成量が僅かであるため、結晶粒の大きさが一様にならず、混粒が多くなる。

(ii) 結晶粒度は製造上決まつてしまい、その調整が殆んどできない。而も最も微細粒を得易いステンレス鋼(SUS 347)でも経験上ASTM粒度番号(以下単に粒度番号という)8程度の細かさまでしか得ることができない。

本発明は上記のような問題点を解決し、NおよびNbを含有する低Cの18Cr-8Ni 型オーステナイトステンレス鋼に適用すれば充分にその性能を発揮できるように結晶粒を微細化する方法を提供することを目的とし、1250~1300℃で固溶化並びに5%以上のデルタフェライトの生成を行なわせる溶体化処理工程と再結晶処理工程との間に溶体化処理温度から窒化物および低炭素含有炭窒化物(以下低炭炭窒化物という)を析出しない温度まで急冷する工程、900~950℃において窒化物および低炭炭窒化物を析出させる析出処理工程及び炭窒化物および低炭炭窒化物が析出した状態で塑性加工する工程とを組合せたN、Nb含有の低Cの18Cr-8Ni 型オーステナイトステンレス

鋼の結晶粒微細化方法に係る。

本発明の方法はNbの窒化物および低炭炭窒化物が固溶する温度で溶体化処理を行なつたのち、窒化物および低炭炭窒化物を微小形状で析出させておいて塑性加工を行なつて結晶粒を微細化する方法であるが、これに類似する方法として安定化オーステナイトステンレス鋼の溶体化処理、冷間加工、析出処理兼再結晶処理を順次行ない結晶粒微細化方法がある。しかしながらこの方法は溶体化処理或いは析出処理は炭化物を対象としており、かつ塑性加工は冷間加工(15%以上)であるため変形抵抗が大きく、工業的加工法としては適用範囲が限られ、せいぜい鋼板に適用できる程度のものであつて、N、Nb含有の低Cの18Cr-8Ni ステンレス鋼に適用しても効果が得られない。

一般に、オーステナイトステンレス鋼の結晶粒微細化方法としては加工および再結晶処理を施すことが効果的であるが、最終処理としてクロム炭化物を分解固溶するため約1000~1150℃にお

いて溶体化処理を施す必要があり、この結果結晶粒が再成長するので、いわゆる安定化オーステナイト鋼(SUS 321および347)以外のオーステナイトステンレス鋼では粒度番号7よりも細かな結晶粒を得ることは難かしい。SUS 321および347ステンレス鋼では前者がTi、後者がNbの炭化物ないし炭窒化物が溶体化処理の際の結晶粒成長を抑える効果があることが認められるが、それでも粒度番号8程度の細粒が得られるに過ぎない。

本発明の方法はNbの窒化物および低炭炭窒化物を微細に析出させることによつて結晶粒微細化の効果をあげようとするのであるから、その前提としてNbの窒化物および低炭炭窒化物を充分に固溶させることが必要である。よつてオーステナイトステンレス鋼について温度を変えて窒化物、炭化物の固溶度を調査した結果を第1表に、その試験に使用した試料の化学組成を第2表に示す。

この試験結果と顕微鏡組織検査結果とから、炭化物は約1200℃、窒化物は約1250～1300℃

でほぼ固溶するものと判断し、デルタフェライト相の生成をも考慮して溶体化処理温度として1250～1300℃を選定した。

第1表

試料別 固溶度		溶体化温度(℃)			
		1050	1100	1200	1300
C固溶度(%)	A	75	—	>90	—
	B	—	>70	>70	>70
N固溶度(%)	A	60	—	60	—
	B	—	70	80	>90

注：固溶度＝ $\frac{\text{固溶量}}{\text{全量}} \times 100(\%)$

第2表 (wt.%)

試料	O	N	Nb	Ni	Or
A	0.070	0.009	0.81	7.90	17.20
B	0.009	0.056	0.64	8.30	18.80

ところで炭化物よりも窒化物が高温で一層安定であつて結晶粒の成長を抑えること、また二相組織とすることによつて結晶粒成長を抑えることができることは従来から知られている。

本発明者はこれらの点に着目して種々研究を行なつて来たが、その結果のうち数例を示すと第3表および第4表に示すとおりである。

第3表には各試験片の化学組成、溶体化処理後の加工熱処理方法を、第4表には溶体化処理温度、同処理による結晶粒度及びデルタフェライト生成量、第3表に示した各試験片にそれぞれ記載の加工熱処理を施したのち再結晶処理を施した結果について再結晶温度別に示してある。なお表中試験片番号8はNを添加しなかつたもので、比較のため記載してある。また、第1図には、O、N、Nb含有量の異なる四種類の18Cr-8Niオーステナイトステンレス鋼に第1表に示す加工熱処理を含めて各種の加工熱処理を施したのち再結晶処理を施して得られた結晶粒度が示してある。

第3表

試験片番号	化学組成 (%)				加工熱処理方法
	O	N	Nb	その他	
1	0.009	0.056	0.64	—	溶体化、水冷→925℃析出、水冷→50多倍圧延
2	同上	同上	同上	—	溶体化、水冷→300℃、30多倍圧延→925℃析出、50多倍圧延、水冷
3	同上	同上	同上	—	溶体化、50多倍圧延、水冷→900℃析出、50多倍圧延
4	同上	同上	同上	—	溶体化、50多倍圧延、水冷
5	0.008	0.064	0.69	$\begin{matrix} \text{P} 19.8 \\ \text{S} 0.025 \\ \text{S} 0.010 \end{matrix}$	溶体化、水冷→900℃析出、70多倍圧延、水冷
6	同上	同上	同上	同上	溶体化、70多倍圧延、水冷
7	0.025	0.058	0.87	$\begin{matrix} \text{P} 10.0 \\ \text{S} 0.025 \\ \text{S} 0.010 \end{matrix}$	同上
8	0.017	0.003	0.20	—	溶体化→900℃析出、水冷→50多倍圧延
9	0.024	0.027	0.44	—	溶体化→900℃析出、水冷→50多倍圧延

上記以外の成分：0.5%Si、0.005%P、0.005%S、8～9%Ni、18～19%Cr

※1：溶体化処理、析出処理は各1または2時間

第 4 表

試験片	溶体化処理		結 晶 粒 度 ASTM 点						
	温度 ℃	ASTM点 量	再 結 晶 温 度 ℃						
			900	950	1000	1050	1100	1150	1200
1	1300	6 ~15%	※3 11~12	同左	同左	11	10	9	6
2	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上
3	同上	同上	同上	同上	同上	10	9	8	5
4	1250	5~6 7.5~10%	—	※4 8	—	7.5	7.5	—	—
5	1300	5~6 10~15%	—	—	—	9.5	9	8	6
6	1250	4~6 5~7.5%	—	※4 8	8	—	8	—	6
7	1250	4~6 ~5%	※3 8~10	※4 8~9	—	—	8	—	6
8	1250	1.5~2 ~0%	—	6	—	5	—	—	—
9	1250	2~3 ~0%	—	—	※3 10	8	7	6	4

※2 再結晶処理時間0.5または1時間

※3 圧延組織有り

※4 圧延組織少量

(4) 析出温度またはそれより高い温度で酸性加工する場合に加工度が50%以上あれば十分微細粒が得られる。

(5) 加工組織を完全に取去り、粒度番号10以上の均一な微細粒とすることが必要な場合は1050~1100℃において再結晶処理をすることが必要である。この処理によつて一部析出物が固溶化するので、最終処理として900~950℃の再析出処理を行なつた方がよい場合もあるが、結晶粒には変化はなく工程数も増加するので結晶粒微細化処理としては再結晶処理後の再析出処理は必ずしも必要ではない。

(6) 1250~1300℃において溶体化処理をして急冷したのち、900~950℃に加熱してNbの窒化物および低炭炭窒化物を析出させておいて酸性加工を行なう方法は第1図からも判るようC含量が少ないほど、N含量およびNb含量が多いほど結晶粒微細化の効果が大きい。

また溶体化処理温度でデルタフェライトの生成

これらの研究結果から次のような知見が得られた。すなわち、

(1) デルタフェライトの生成量の多いものは溶体化処理温度を高くしても均一粒および微細粒を得易い。デルタフェライトは溶体化処理の際の基体結晶粒の粗大化、混粒化を阻止し、再結晶時の粒界移動を遅らせる効果がある。

(2) 酸性加工処理は結晶粒を均一に微細化させるために必要な処理である。窒化物および低炭炭窒化物を細かに析出した状態で酸性加工すると微細結晶が得られ易い。

微細結晶を得るためには窒化物および低炭炭窒化物の析出量が重要であつて、この量が少な過ぎると結晶粒は微細化し難い。微細結晶を得るのに充分な量の窒化物および低炭炭窒化物を析出させるためにはNが0.04%以上、Nbが0.40%以上含有されておればよい。

(3) 析出処理後の酸性加工は温度が低い方がより微細粒を得ることができる。

が認められない場合には再結晶時またはそれ以上の温度で急速に結晶粒が成長するから、溶体化処理温度で5%以上のデルタフェライトを生成するようにCr、Ni、Mn含量を調整しておくことが望ましい。

これらの知見からN、Nb含有の低Cの18Cr-8Ni型オーステナイトステンレス鋼の結晶粒を微細化する方法としては、

(1) 1250~1300℃で固溶化並びに5%以上のデルタフェライトの生成を行なわせる溶体化処理に続いて、窒化物の析出しない温度まで急冷したのち、析出処理を施し、Nbの窒化物および低炭炭窒化物を微細に析出させた状態で析出温度より下の温度で酸性加工をし、次に再結晶処理をする。

(2) 上記(1)の方法においてNbの窒化物および低炭炭窒化物を微細に析出させた状態で析出温度またはそれ以上で再結晶処理温度よりも下の温度で50%以上の酸性加工を施したのち再結晶処理を施す。

方法が適当であることが判つた。第1の方法は塑性加工の温度が低いので、結晶粒微細化に対する塑性加工の効果が大きい。しかし製品によつて加工度を大きくとらねばならないような場合には第2の方法が塑性加工温度が高いので好都合である。

以上説明したように本発明はN、Nb含有の低Oの18Cr-8Niオーステナイトステンレス鋼に溶体化処理を1250～1300℃で施して窒化物および低炭炭窒化物を充分に固溶させ、かつデルタフェライトを5～15%生成させたのち、窒化物および低炭炭窒化物が析出しないうちに急冷し、次に900～950℃で析出処理を施すのでNb窒化物および低炭炭窒化物が細かに分散して析出する。このように析出した状態で次に塑性加工を加えるので結晶粒は細かに破砕され、これに再結晶処理を施すと細かな、一様に結晶粒がそろつて偏粒のない微細結晶粒の組織が得られ、耐応力腐食割れ性のすぐれた18Cr-8Ni型オーステナイトステンレス鋼を得ることができる。また加工度、加工

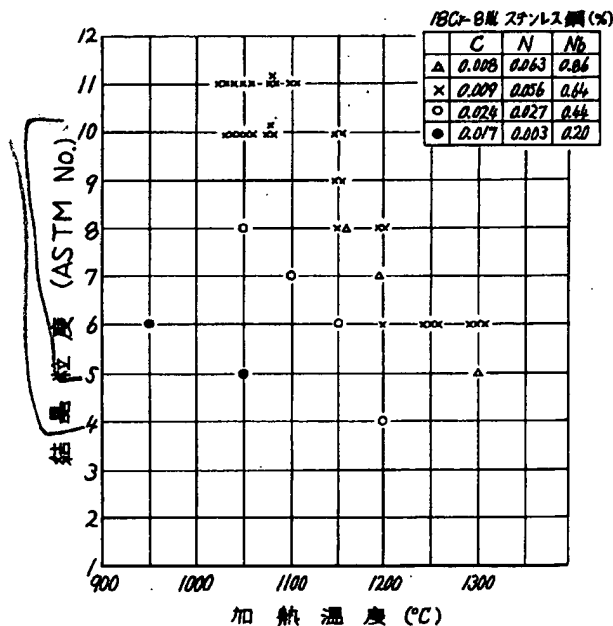
温度および再結晶温度を適当に通ぶことによつて粒度番号8～11の間で粒度の制御を容易に行なうことができる。更に、溶体化処理によつて生成したデルタフェライトは析出、再結晶処理によつて大部分がオーステナイトに変態するが、なお最終製品に1.5～2.5%程度残留し、耐応力腐食割れ性の向上に寄与する。

なお本発明の方法はいわゆる安定化オーステナイトステンレス鋼(8U8 321、347)に適用して同様な効果を得ることもできることは容易に理解されよう。

4. 図面の簡単な説明

第1図は再結晶加熱温度と結晶粒度との関係をO、Nb、N含有量の異なる18Cr-8Ni型オーステナイトステンレス鋼について示したグラフである。

出願人代理人 弁理士 嶋志田 次 男



第1図

WEST Search History

DATE: Tuesday, April 29, 2003

Set Name Query side by side

Hit Count Set Name result set

DB=USPT,PGPB,JPAB,EPAB,DWPI; PLUR=YES; OP=OR

L10	17 and 75/232.ccls	0	L10
L9	17 and 148/327.ccls	0	L9
L8	17 and 148/325.ccls	0	L8
L7	(steel) same (c or carbon) same (nitrogen or n) same ((carbonitride or c) same (nm or nanometer))	369	L7
L6	(austenit\$2 same stainless same steel) same (c or carbon) same (nitrogen or n) same ((carbonitride or c) same (nm or nanometer))	5	L6
L5	austenit\$2 and stainless and steel and (c or carbon) and (nitrogen or n) and ((carbonitride or c) same (nm or nanometer))	86	L5
L4	austenit\$2 and stainless and steel and (c or carbon) and (nitrogen or n) and (carbonitride or c) and (nm or nanometer)	183	L4
L3	(austenit\$2 near stainless near steel) same (ni or nickel) same (cr or chromium) same (carbon or c) same (nitrogen or n) same (cn or carbonitride) same ((grain near size)or nm or nanometer)	7	L3

DB=USPT; PLUR=YES; OP=OR

L2	(austenit\$2 near stainless near steel) same (ni or nickel) same (cr or chromium) same (carbon or c) same (nitrogen or n) same (cn or carbonitride) same ((grain near size)or nm or nanometer)	0	L2
----	---	---	----

DB=USPT,PGPB,JPAB,EPAB,DWPI; PLUR=YES; OP=OR

L1	(austenit\$2 near stainless near steel) same (ni or nickel) same (cr or chromium) same (carbon or c) same (nitrogen or n) same (cn or carbonitride) same (grain near size or nm or nanometer)	7	L1
----	---	---	----

END OF SEARCH HISTORY

WEST

Generate Collection

Print

L2: Entry 20 of 60

File: JPAB

Dec 9, 1997

PUB-NO: JP409316619A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 09316619 A

TITLE: PRODUCTION OF HIGH STRENGTH HOT DIP GALVANIZED STEEL SHEET EXCELLENT IN DEEP DRAWABILITY

PUBN-DATE: December 9, 1997

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

ODAN, YUJI

MATSUMOTO, TAKASHI

HAMANAKA, SEIICHI

INT-CL (IPC): C23 C 2/06; C21 D 8/04; C21 D 9/48; C22 C 38/00; C22 C 38/14; C23 C 2/02

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a high strength hot dip galvanized steel sheet having high strength, excellent in press formability and deep drawability and used for an automotive inner sheet or the like.

SOLUTION: A steel slab having a compsn. contg., by weight, 0.001 to 0.01% C, 0.05 to 0.20% P, 1.0 to 4.0% Mn, 0.005 to 0.5% Mo, 0.5 to 2.5% Cu, 0.005 to 0.1% Al and 0.0005 to 0.003% B, contg. 2.0% Si, 1.3% Ni, 0.02% S and $\leq 0.007\%$ N and furthermore contg. one or more kinds among Ti: $[(48/12) \times C + (48/14) \times N + (48/32) \times S]$ to 0.10%, 0.01 to 0.1% Nb and 0.01 to 0.1% V is subjected to hot rolling so as to regulate the hot rolling finishing temp. to the Ar₃ transformation point or above, the average cooling rate after the finish rolling to $\geq 20^\circ\text{C}/\text{sec}$ and the hot rolling coiling temp. to 450 to 650°C. After cold rolling, it is hot dip galvanized in continuous galvanizing equipment so as to regulate the annealing temp. to 800 to 920°C, the average rate from the annealing temp. to the precipitation treating temp. to 5 to 120°C/sec, the recrystallization annealing temp. to 500 to 650°C, its time to 0.5 to 5min and the inlet side temp. to 500 to 550°C.

COPYRIGHT: (C) 1997, JPO.